# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2000-275907

(43) Date of publication of application: 06.10.2000

(51)Int.Cl.

G03G 9/087

G03G 9/10

(21)Application number: 11-078396

(71)Applicant: FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing:

23.03.1999

(72)Inventor: SUMIKURA YASUO

SAKAI SUEKO

YOSHIZAWA HISAE SUWABE MASAAKI

SATO SHUJI MAEHATA HIDEO

# (54) ELECTROSTATIC LATENT IMAGE DEVELOPING TONER AND ITS PRODUCTION, ELECTROSTATIC LATENT IMAGE DEVELOPER USING THE SAME AND IMAGE FORMING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an excellent image having excellent aging stability and free from the fogging of the image or transfer defeat without causing the deterio ration of dielectric loss and electrostatic charge.

SOLUTION: The electrostatic latent image developing toner has 2.0–9.0 µm volume average particle diameter D50, volume average particle size distribution index GSDv of ≤1.28, the average value of 105–150 in the shape factor SF expressed by a relation; SF=ML2/A × 100, and ≤5.0% area ratio of pores in the cross-section. In the relation, ML represents the max. length in the projected image of the electrostatic latent image developing toner and A represents the projected surface area in the projected image of the electrostatic latent image developing toner.

# LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-275907 (P2000-275907A)

(43)公開日 平成12年10月6日(2000.10.6)

(51) Int.C1.7

識別記号

FΙ

テーマコート\*(参考)

G 0 3 G 9/087

9/10

G03G 9/08

2H005 381

9/10

審査請求 未請求 請求項の数4 〇L (全 11 頁)

(21)出願番号

特願平11-78396

(71)出願人 000005496

(22)出願日

平成11年3月23日(1999, 3, 23)

富士ゼロックス株式会社

東京都港区赤坂二丁目17番22号

(72)発明者 角倉 康夫

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ

ックス株式会社内

(72)発明者 坂井 末子

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ

ックス株式会社内

(74)代理人 100079049

弁理士 中島 淳 (外3名)

最終頁に続く

#### 静電潜像現像用トナーおよびその製造方法、ならびに該静電潜像現像用トナーを用いた静電潜像 (54) 【発明の名称】 現像剤および画像形成方法

# (57)【要約】

【課題】 誘電損率の悪化や帯電の悪化を招くことが無 く、経時安定性に優れ、画像のかぶりや転写不良の無い 良好な画像を得ることが可能な静電潜像現像用トナーお よびその製造方法、ならびに該静電潜像現像用トナーを 用いた静電潜像現像剤および画像形成方法を提供するこ と。

【解決手段】 体積平均粒径Dso が 2.0~9.0μm の範囲にあり、体積平均粒度分布指標GSDvが1.2 8以下であり、下記(式1)で表される形状係数SFの 平均値が105~150の範囲にあり、かつ、断面にお ける空孔の面積率が 5.0%以下であることを特徴とす る静電潜像現像用トナーおよびその製造方法、ならびに 該静電潜像現像用トナーを用いた静電潜像現像剤および 画像形成方法である。

 $SF = ML^{2}/A \times 100 \cdot \cdot \cdot (\sharp 1)$ 

ML:静電潜像現像用トナーの投影像における最大長 A : 静電潜像現像用トナーの投影像における投影而積

# 【特許請求の範囲】

【請求項1】 体積平均粒径Dsp が 2.0~9.0μm の範囲にあり、体積平均粒度分布指標GSDvが1.2 8以下であり、下記(式1)で表される形状係数SFの 平均値が105~150の範囲にあり、かつ、断面にお ける空孔の面積率が 5.0%以下であることを特徴とす る静電潜像現像用トナー。

 $SF = ML^2/A \times 100$ ML:静電潜像現像用トナーの投影像における最大長 A : 静電潜像現像用トナーの投影像における投影面積 【請求項2】 水系媒体、有機溶媒、もしくはそれらの 混合溶媒中に樹脂粒子および着色剤を分散する分散工程 と、該分散液に対し攪拌を加えつつ樹脂粒子および着色 剤を凝集および合一させて造粒する造粒工程と、を有す ることを特徴とする請求項1に記載の静電潜像現像用ト ナーの製造方法。

【請求項3】 キャリアと静電潜像現像用トナーとから なる静電潜像現像剤において、該静電潜像現像用トナー が請求項1に記載の静電潜像現像用トナーであることを 特徴とする静電潜像現像剤。

【請求項4】 静電潜像担持体に静電潜像を形成する潜 像形成工程と、現像剤担持体上の現像剤層により前記静 電潜像担持体に形成された静電潜像を現像してトナー画 像を形成する現像工程と、前記トナー画像を転写体上に 転写する転写工程と、を含む画像形成方法において、前 記現像剤層が、請求項3に記載の静電潜像現像剤により 形成されていることを特徴とする画像形成方法。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

記録法において静電潜像の現像のために使用する静電潜 像現像用トナーおよびその製造方法、ならびに該静電潜 像現像用トナーを用いた静電潜像現像剤および画像形成 方法に関する。

#### [0002]

【従来の技術】電子写真法では、感光体(静電潜像担持 体)に形成された静電潜像を、着色剤を含む静電潜像現 像用トナー(以下、単に「トナー」という場合があ る。) で現像し、得られたトナー像を転写紙上に転写 し、熱ロール等で定着し画像を得る。また感光体は再び 40 静電潜像を形成するためにクリーニングされる。このよ うな電子写真法等で使用する乾式現像剤は、結着樹脂中 に着色剤を分散したトナーそのものを用いる一成分現像 剤と、そのトナーにキャリアを混合した二成分現像剤と に大別することができ、そしてこれらの現像剤を用いて コピー操作を行う場合、プロセス適合性のためには、現 像剤が流動性、搬送性、定着性、帯電性、転写性に優れ ていることが必要である。

【0003】現像剤におけるトナー粒子(以下、トナー

に「トナー粒子」と言う場合がある。) は、通常、混練 粉砕法により製造される。この混練粉砕法は、熱可塑性 樹脂等を顔料、帯電制御剤、ワックスなどの離型剤等と 共に溶融混練し、冷却後にこの溶融混練物を微粉砕し、 これを分級して所望のトナー粒子を製造する方法であ る。

【0004】近年、粒子の形状および粒度分布を意図的 に制御したトナーを製造する手段として、特開昭63-282752号公報や特開平6-250439号公報に おいて乳化重合凝集法が提案されている。該乳化重合凝 集法は、乳化重合により樹脂分散液を調製し、一方、溶 媒に着色剤を分散させた着色剤分散液を調製し、これら を混合してトナー粒径に相当する凝集粒子を形成させた 後、加熱することによって融合し、トナー粒子を得る方 法である。この乳化重合凝集法によると、加熱温度条件 を選択することにより、トナー形状を不定形から球形ま で任意に制御することが可能である。

【0005】さらに乳化凝集重合法等において、樹脂分 散液を多段添加することにより、着色剤や離型剤を包 20 み、被覆することが可能であり、粉体特性を良化させた りすることが可能である。

【0006】上記乳化凝集重合法によりトナー粒子を作 製する場合、樹脂粒子および着色剤とを分散させた分散 液中で攪拌しながら凝集する段階において、使用する界 面活性剤が原因で泡が発生する場合がある。この泡は凝 集後期に消失していくが、トナー作製時の条件によって は泡をそのままトナー内に取り込んでしまうことがあ り、そのまま凝集および合一が進むとトナー内部に空孔 が生ずる。この空孔には界面活性剤や水などが残ってし 【発明の属する技術分野】本発明は、電子写真法、静電 30 まい、誘電損率の悪化や帯電の悪化を招くことが予想さ れる。誘電損率の悪化や帯電の悪化は、経時安定性を悪 化させ、得られる画像のかぶりや転写不良の原因にもな り得る。

## [0007]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、誘電損率の 悪化や帯電の悪化を招くことが無く、経時安定性に優 れ、画像のかぶりや転写不良の無い良好な画像を得るこ とが可能な静電潜像現像用トナーおよびその製造方法、 ならびに該静電潜像現像用トナーを用いた静電潜像現像 剤および画像形成方法を提供することにある。

## [0008]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、トナーの 帯電性、誘電性について鋭意検討する中で、トナー内に 存在する空孔と前記特性との関係を見出し、トナー内空 孔を一定量以下に制御することにより、帯電性、誘電性 に優れたトナーを提供することができた。

【0009】すなわち、本発明は、体積平均粒径Dsoが 2. 0~9. 0 μ m の範囲にあり、体積平均粒度分布指 標GSDvが1. 28以下であり、下記(式1)で表さ の本体部分、すなわちトナー中の外添剤以外の部分を特 50 れる形状係数SFの平均値が105~150の範囲にあ

り、かつ、断面における空孔の面積率が5.0%以下であることを特徴とする静電潜像現像用トナーおよびその製造方法、ならびに該静電潜像現像用トナーを用いた静電潜像現像剤および画像形成方法である。

[0010]

SF = ML²/A × 100 ・・・ (式1) ML:静電潜像現像用トナーの投影像における最大長 A :静電潜像現像用トナーの投影像における投影面積 【0011】上記本発明によれば、乳化凝集重合法により得られるような良好な形状、粉体特性を有するトナー 10であって、かつ、トナー中の空孔が少ないため、トナー内部に界面活性剤や水などが残ってしまうことにより発生する誘電損率の悪化や帯電の悪化を招くことが無い。そのため経時安定性に優れ、画像のかぶりや転写不良の無い良好な画像を得ることが可能となる。具体的には、誘電損率を100以下とすることが容易である。

【0012】本発明の静電潜像現像用トナーは、水系媒体、有機溶媒、もしくはそれらの混合溶媒中に樹脂粒子および着色剤を分散させ、該分散液に対し攪拌を加えつつ樹脂粒子および着色剤を凝集および合一させて造粒して製造することが好ましく、さらに離型剤を含有することが好ましい。また、樹脂粒子の数平均粒子径としては、0.5μm以下であることが好ましく、着色剤としては平均分散粒子径が、100nm~500nmの範囲であることが好ましく、樹脂粒子および着色剤を凝集および合一させて造粒する際に、さらに樹脂微粒子を分散した分散液を添加することが好ましい。なお、樹脂粒子および着色剤を凝集させた後に、さらに樹脂により被覆し、合一することも好ましい。

【0013】本発明の静電潜像現像用トナーとしては、 帯電量が-40~-10μC/gの範囲であることが好ましい。本発明の静電潜像現像用トナーは、水系媒体、 有機溶媒、もしくはそれらの混合溶媒中に樹脂粒子および着色剤を分散する分散工程と、該分散液に対し攪拌を 加えつつ樹脂粒子および着色剤を凝集および合一させて 造粒する造粒工程と、を有する静電潜像現像用トナーの 製造方法で、条件を選択することにより製造することが でき、例えば造粒工程においてさらに樹脂微粒子を添加 することや、造粒工程においてさらに凝集剤として金属 化合物を添加することにより製造することができる。

【0014】本発明の静電潜像現像用トナーは、キャリアと静電潜像現像用トナーとからなる静電潜像現像剤において、該静電潜像現像用トナーとして用いられ、また前記キャリアとしては、樹脂皮膜層を有してなることが好ましい。

【0015】本発明の静電潜像現像用トナーは、静電潜像担持体に静電潜像を形成する潜像形成工程と、現像剤担持体上の現像剤屑により前記静電潜像担持体に形成された静電潜像を現像してトナー画像を形成する現像工程と、前記トナー画像を転写体上に転写する転写工程と、

を含む画像形成方法において、前記現像剤層に含有せしめることができる。当該画像形成方法においては、転写工程の後に、さらに静電潜像担持体上に残留するトナーを除去および回収するクリーニング工程を有することが好ましく、クリーニング工程において除去および回収されたトナーは、再度現像工程に供給することが望ましい。

#### [0016]

【発明の実施の形態】まず、本発明において特徴的なトナーの断面における空孔の面積率について説明する。

【0017】トナーの断面における空孔の面積率(%)は、トナーの断面を顕微鏡等で観察し、その断面全面積における空孔の占める割合をパーセントで示したものをいい、本発明においては、測定対象となるトナーから無差別に抽出したサンプル10個について測定した平均値を「トナーの断面における空孔の面積率」と呼ぶこととする。勿論、より多くのサンプルについて測定した値の平均が本発明の範囲に含まれることが好ましい。

【0018】具体的には、TEMなどを用いてトナー断 面の写真を得た後、画像解析装置 (例えばニレコ社製ルーゼックス等) 等を用いて画像解析し、面積を直接測定 することにより測定することができる。また、以下の如き簡易測定法も採用することができる。

【0019】<br/>
くトナーの断面における空孔の面積率の簡易測定法>前記得られたトナー断面写真をトレーシングペーパーなどに写しとり、トナー部分を切り取り、切り取られたトレーシングペーパーの重量を測定する。その後、空孔部分を切り取り、切り取られたトレーシングペーパーの重量を測定する。得られた各重量は、面積の比率と対応するため、これらの値からトナーの断面における空孔の面積率(%)を求めることができる。

【0020】トナーの断而における空孔の而積率としては、5%以下であることが必須であり、好ましくは4.0%以下、より好ましくは3.0%以下である。5%を超えるとトナー中の空孔が多くなり、トナー内部に界面活性剤や水などが残ってしまうことにより発生する誘電損率の悪化や帯電の悪化を招く場合がある。

【0021】本発明のトナーの体積平均粒径Dsoは、

2.  $0\sim9$ .  $0\mu$ mの範囲であり、好ましくは3.  $0\sim8$ .  $0\mu$ mの範囲のものである。体積平均粒径 $D_{50}$  が 9.  $0\mu$ mを超えると、ドットおよびラインの潜像にトナー粒子が忠実に現像されず、写真画像の再現あるいは細線の再現が劣る場合がある。一方、体積平均粒径 $D_{50}$  が 2.  $0\mu$ m未満では、単位当たりのトナー表面積が大きくなって、帯電およびトナー流動性の制御が難しくなり、安定した画像が得られない場合がある。

【0022】ここでトナーの体積平均粒径Dsoとは、小径側から累積体積が50%になる粒径を意味し、例えばコールターカウンターTA-II(日科機社製)、マルチサイザーII(日科機社製)などの測定器を用いて測定す

ることができる。

【0023】本発明においてトナーの平均粒度分布指標 GSD v は、1. 28以下であり、好ましくは1. 25 以下である。1.28を超えると、高画質と高信頼性と を同時に実現することが困難となる。すなわち、トナー またはトナーを含む現像剤の寿命が短くなり、また解像 力が低下しやすい。さらに選択現像が発生しやすく、現 像性が経時的に悪化してしまう場合がある。

【0024】ここでトナーの平均粒度分布指標GSDv とは、小径側から累積体積が84%になる粒径口\*\*\* に 対する、同累積体積が16%になる粒径Dia の比 (D Mw /Disw )の平方根のことをいい、体積平均粒径Dia と同様の装置を用いて測定することができる。本発明に おいてトナーの形状係数SFの平均値は、105~15 0の範囲、好ましくは105~135の範囲、より好ま しくは105~130の範囲が画像形成性、トナー生産 性などの点で有利であるので適当である。

【0025】ここでトナーの形状係数SFとは、下記 (式1)で表されるものである。

 $SF = ML^2/A \times 100 \cdot \cdot \cdot (式1)$ ML: 静電潜像現像用トナーの投影像における最大長 A : 静電潜像現像用トナーの投影像における投影面積 本発明においては、以下のようにして測定および算出し たものをトナーの形状係数SFの平均値としている。

【0026】<トナーの形状係数SFの平均値の測定法 >測定対象となるトナーをスライドガラス上に散布し、 その光学顕微鏡画面をビデオカメラにより画像解析装置 (ニレコ社製ルーゼックス)に取り込み、無差別に抽出 したサンプル100個の投影像における最大長および投 SFを計算し、この平均値を求めることにより求められ る。勿論、より多くのサンプルについて測定した値の平 均が本発明の範囲に含まれることが好ましい。

【0027】本発明のトナーは、以上の如き構成により 誘電特性および帯電性の良好なものとなる。ここでトナ 一の誘電特性、特に誘電損率(一般に、「比誘電損率」 ともいう)は以下のような方法で測定できる。

【0028】<誘電損率の測定方法>測定対象となるト ナーの粉体5gを直径5cmの型に入れ、10tonの 荷重を1分間かけて成型し、これをヒューレット・パッ 40 カード社製MULTI-FREQUENCY LCR METERの誘電体測定用電極に設置し、JIS K6 911に記載されている方法により、周波数1kHzの 条件で測定する。誘電損率は、交流電場下におかれた誘 電体の抵抗を表す指標であり、値が大きいほど抵抗は低 下することが知られている。本発明のトナーは、上記構 成とすることにより誘電損率を低下させることができ る。誘電損率としては、好ましくは100以下であり、 さらに好ましくは50以下である。誘電損率が100を 超えると、転写工程において電荷注入によるかぶりの原 50

因になる場合があり、好ましくない。

【0029】本発明のトナーを得る方法としては、上記 規定される形状、粒径および空孔面積率を満足するもの であれば如何なる方法によっても製造することができ る。例えば、溶融混練粉砕法においては、シャープな粒 度分布とすべく精密な分級を行った上で公知の球形化処 理を行えばよい。

【0030】上記規定される形状、粒径を有するトナー とするためには、水系媒体、有機溶媒、もしくはそれら 10 の混合溶媒中に樹脂粒子および着色剤を分散させ、該分 散液に対し攪拌を加えつつ樹脂粒子および着色剤を凝集 および合一させて造粒してトナーを製造する乳化凝集重 合法を採用することが好ましい。より具体的には、結着 樹脂の重合性単量体を乳化重合し樹脂粒子の分散液を得 て、その分散液と着色剤と、さらに必要に応じて、離型 剤、帯電制御剤等の分散液を混合し、凝集、および加熱 融着させて合一し、トナー粒子を得る。

【0031】乳化凝集重合法について、以下詳細に説明 する。使用する結着樹脂としては、スチレン、クロロス 20 チレン等のスチレン類、エチレン、プロピレン、ブチレ ン、イソプレン等のモノオレフィン、酢酸ビニル、プロ ピオン酸ビニル、安息香酸ビニル、酪酸ビニル等のビニ ルエステル、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、ア クリル酸ブチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸オク チル、アクリル酸フェニル、メタクリル酸メチル、メタ クリル酸エチル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸ド デシル等のαーメチレン脂肪族モノカルボン酸エステル 類、ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテル、ビ ニルブチルエーテル等のビニルエーテル類、ビニルメチ 影而積を測定し、前記(式1)によりトナーの形状係数 30 ルケトン、ビニルヘキシルケトン、ビニルイソプロペニ ルケトン等のビニルケトン類、それら単独重合体あるい は共重合体を例示することができ、特に代表的な結着樹 脂としては、ポリスチレン、スチレン一アクリル酸アル キル共重合体、スチレンーメタクリル酸アルキル共重合 体、スチレンーアクリルニトリル共重合体、スチレンー ブタジエン共重合体、スチレンー無水マレイン酸共重合 体、ポリエチレン、ポリプロピレン等をあげることがで きる。さらに、ポリエステル、ポリウレタン、エポキシ 樹脂、シリコーン樹脂、ポリアミド、変性ロジン、パラ フィンワックス等を挙げることができる。

> 【0032】これらの樹脂の中でもビニル系樹脂が特に 好ましい。ビニル系樹脂の場合、イオン性界而活性剤な どを用いてビニル系単量体を乳化重合やシード重合等の 方法により重合させることで、樹脂粒子分散液を容易に 調製することが出きる点で有利である。その他の樹脂の 場合は油性で水への溶解度の比較的低い溶剤に溶解する ものであれば、樹脂をそれらの溶剤に溶かしてイオン性 界而活性剤や高分子電解質とともにホモジナイザーなど の分散機により水中に微粒子分散し、その後加熱または 減圧して溶剤を蒸散することにより樹脂粒子分散液を調

製することが出来る。

【0033】前記結着樹脂の重合性単量体を乳化重合してなる樹脂粒子の数平均粒径としては、 $0.5\mu$ m以下であることが望ましく、より望ましくは $0.01\sim0.5\mu$ mの範囲、さらに望ましくは $0.01\sim0.3\mu$ mの範囲である。樹脂粒子の数平均粒径が $0.5\mu$ mを越えると最終的に得られる静電潜像現像用トナー内に空孔を作りやすくなる。

【0034】着色剤としては、カーボンブラック、クロ ムイエロー、ハンザイエロー、ベンジジンイエロー、ス 10 レンイエロー、キノリンイエロー、パーメネントオレン ジGTR、ピラゾロンオレンジ、バルカンオレンジ、ウ オッチヤングレッド、パーマネントレッド、ブリリアン カーミン3B、ブリリアンカーミン6B、デイポンオイ ルレッド、ピラゾロンレッド、リソールレッド、ローダ ミンBレーキ、レーキレッドC、ローズベンガル、アニ リンブルー、ウルトラマリンブルー、カルコオイルブル ー、メチレンブルークロライド、フタロシアニンブル ー、フタロシアニングリーン、マラカイトグリーンオク サレレート、などの種々の顔料、アクリジン系、キサン 20 テン系、アゾ系、ベンゾキノン系、アジン系、アントラ キノン系、チオインジコ系、ジオキサジン系、チアジン 系、アゾメチン系、インジコ系、チオインジコ系、フタ ロシアニン系、アニリンブラック系、ポリメチン系、ト リフェニルメタン系、ジフェニルメタン系、チアジン 系、チアゾール系、キサンテン系などの各種染料を挙げ ることができ、これらは1種単独で、または複数種類を 混合して使用することができる。

【0035】着色剤の平均分散粒子径としては、100 nm~500nmの範囲であることが好ましく、より好ましくは100nm~300nmの範囲である。100 nm未満であると着色力が低下しやすく、大量の着色剤分散液が必要となり、それにより遊離の着色剤の増加やトナーの形状制御性に悪影響を及ぼしやすくなるため、好ましくない。一方、500nmを超えると着色剤がトナー中に取り込まれ難くなり、遊離の原因となりやすいため、好ましくない。

【0036】また、本発明のトナーには、必要に応じて帯電制御剤や離型剤(オフセット防止剤)を添加してもよい。帯電制御剤としては公知のものを使用することが 40でき、例えば、アゾ系金属錯化合物、サリチル酸の金属錯化合物、極性基を含有したレジンタイプの帯電制御剤を用いることができる。乳化凝集重合法のように湿式製法でトナーを製造する場合、イオン強度の制御と廃水汚染現象の点で水に溶解しにくい素材のものが好ましい。【0037】離型剤としては、低分子量ポリプロピレン、低分子量ポリエチレン等のワックス類を挙げることができる。離型剤は分散粒子の状態で分散液中に分散され、樹脂粒子分散液および着色剤分散液等と混合される。離型剤のとして平均分散粒子径は、0.01μm~50

1.  $0 \mu m$ の範囲であることが好ましく、より好ましくは  $0.1 \mu m \sim 0.5 \mu m$ の範囲である。

【0038】トナー中には、さらに磁性材料を内包させて磁性トナーとすることもできるが、磁性材料を含有しない非磁性トナーとすることもできる。

【0039】前記樹脂粒子分散液、前記着色剤分散液および前記その他の成分(粒子)を分散させてなる分散液における分散媒としては、水系媒体、有機溶媒、もしくはそれらの混合溶媒が挙げられる。

【0040】前記水系媒体としては、例えば、蒸留水、イオン交換水などの水が挙げられる。有機溶媒としては、水と混和するエタノールやメタノール、nープロパノール、エチレングリコール、グリセリン、iープロパノール等のアルコール類、酢酸やアルコールケトン類などが挙げられる。これらは1種単独で使用してもいいし、2種以上を併用してもよい。

【0041】なお、乳化重合、着色剤分散、樹脂粒子や離型剤の分散および凝集、またはこれらの安定化等に用いることができる界面活性剤の例としては、硫酸エステル塩系、スルホン酸塩系、リン酸エステル系、せっけん系などのアニオン界面活性剤、アミン塩系、4級アンモニウム塩系などのカチオン界面活性剤、またはポリエチレングリコール系、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加物系、多価アルコール系などの非イオン界面活性剤等が挙げられ、これらを併用することも効果的である。

【0042】着色剤、樹脂粒子あるいは離型剤の分散手段としては、回転せん断型ホモジナイザーやメディアを有するボールミル、サンドミル、ダイノミルなどの一般の分散機を用いることができる。

【0043】以上得られた各分散液を混合し、必要に応じて公知の凝集剤を添加して凝集させ、さらに加熱融着させて合一することにより、トナー粒子を得ることができる。加熱融着としては、凝集粒子に含まれる樹脂のガラス転移温度点以上であって、分解温度未満であればよい。加熱温度を適宜選択することにより、得られるドナー粒子の形状を、不定形から球形まで制御することができる。また、加熱融着に要する時間は、上記加熱温度に依存し、一般的には30分ないし10時間の範囲である。

【0044】また、樹脂粒子および着色剤等を凝集させた後であって合一させる前に、さらに前記樹脂粒子を添加混合して、樹脂により被覆することにより、合一後得られるトナーをコアシェル構造とすることも可能である。

【0045】合一して造粒した後のトナー粒子分散液は、ろ過されトナー粒子がろ取される。ろ取されたトナー粒子はイオン交換水等で洗浄される。洗浄は、トナー粒子を分散したイオン交換水等を必要に応じて加温して50 行う。ろ過前のトナー粒子分散液は、通常酸サイドに寄

っているため、洗浄時アルカリサイドに調整することが 好ましい。アルカリサイドに調整するには、適当なアル カリ、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸 ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、アンモニア等を添加 することにより行う。

【0046】調整後のpHとしては、7~13程度であれば効果の差こそあれ、トナー粒子の洗浄効果が発揮される。しかしながら、上記範囲の中では実用上大きな問題はないが、pH9未満では、帯電特性改善への効果が若干小さく、また高温加熱洗浄した場合にトナー粒子の安定性にやや欠ける。一方、pH12より大きいとトナー中に残留する界面活性剤を除去する効果は確かに大きいが、トナー粒子を構成する、例えば着色剤粒子、離型剤粒子などの脱離なども大きくなってしまうため、良好な帯電性、定着性の安定再現に欠ける。したがって、調整後のpHとしては9~12の範囲が好ましい。洗浄後のトナー粒子は再び濾過され、イオン交換水等で十分に洗浄した後乾燥して、最終的なトナーとなる。

【0047】既述の如く、上記乳化凝集重合法においては、樹脂粒子および着色剤とを凝集させる段階において、泡が発生する場合があり、本発明で規定する前記「トナー断而における空孔の面積率」とすることが困難となる場合がある。空孔量を所定の値に抑えるためには、凝集させる時間を長く取ったり、分散液の調製段階で分散方法を調整する等の方策が考えられる。

【0048】本発明においては、空孔量を所定の値に抑えるために以下に示す①~③のいずれかの方法を採用することが好ましい。

① 各分散液を混合する段階までに、あるいは混合時に、消泡剤を入れる。消泡剤の存在により、各分散液を混合した段階で存在する泡を効果的に消失させることができ、最終的に得られるトナーの空孔量を所定の値に抑えることができる。

【0049】使用できる消泡剤としては、特に限定されるものではなく、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等のアルコール類、シリコーンオイル類等が挙げられ、さらに、消泡剤として市場から入手可能なあらゆる消泡剤を使用することができる。

【0050】消泡剤の添加量としては、使用する消泡剤および界面活性剤の種類や、泡の量により、適宜設定す 40ればよいが、例えばアルコール類の場合には、各分散液を混合した後の液(以下、「分散混合液」という場合がある。)に対して0.5~10重量%が好ましく、より好ましくは1.0~5.0重量%、シリコーンオイル類の場合には分散混合液に対して1~200ppmが好ましく、より好ましくは5~100ppmである。

【0051】② 各分散液の混合時に、前記樹脂粒子と同じ樹脂からなり、前記樹脂粒子よりもさらに粒径の小さい樹脂微粒子を加える。樹脂微粒子を加えることにより、該樹脂微粒子が空孔を埋める状態となり、最終的に 50

得られるトナーの空孔量を所定の値に抑えることができる。樹脂微粒子は、前記樹脂粒子と同一の樹脂からなるが、数平均粒径としては、好ましくは0.10μm以下、より好ましくは0.07μm以下である。なお、樹脂微粒子の数平均粒径の下限値としては、粒径が小さければ小さいほど有効に空孔を埋めることとなるため特に設定されないが、製造適性上0.01μm程度が限界となる。

【0052】樹脂微粒子の添加量としては、樹脂の種類により、適宜設定すればよいが、樹脂粒子に対して3~10重量%が好ましく、より好ましくは5~8重量%である。

【0053】③ 凝集剤として金属化合物(「金属化合物重合体」を含む)を用いる。凝集力の強い金属化合物の如き凝集剤の使用は、凝集が密になるためトナーの空孔を減少させるのに有効である。この金属化合物は、樹脂粒子分散液中に溶解して用いることが好ましい。

【0054】金属化合物を構成する金属元素は、長期周期律表における2A、3A、4A、5A、6A、7A、8、1B、2B、3B族に属する2価以上の電荷を有するものであり、樹脂粒子の凝集系においてイオンの状態で溶解するものである。具体的には、塩化カルシウム、協酸カルシウム、塩化バリウム、塩化マグネシウム、塩化亜鉛、塩化アルミニウム、硫酸アルミニウム、水酸化鉄(III)などの金属塩、および、ポリ塩化アルミニウム、ポリ水酸化アルミニウム、多硫化カルシウムなどの金属化合物重合体などを挙げることができる。

【0055】金属化合物の添加量としては、凝集系の分散液(分散混合液)に対して、0.05~0.30重量%の範囲が好ましく、より好ましくは0.10~0.25重量%の範囲である。

【0056】以上の①~③いずれの方法を採用しても本発明に規定する空孔量のトナーを得ることができるが、これらの方法を組み合わせることにより、一層空孔量の少ないトナーとすることができる。

【0057】本発明のトナーには、目的に応じて無機粉粒子を表面に付着させてもよい。該無機粉粒子としては公知のものを用いる事ができる。例えば、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸カルシウム、酸化セリウム、メタチタン酸などを挙げる事ができる。また目的に応じて該無機粉粒子表面に公知の表面処理を施してもよい。

【0058】本発明のトナーは、使用時にその帯電量として $-40\sim-10\mu$  C/gの範囲となることが好ましく、より好ましくは $-30\sim-15\mu$  C/gの範囲である。帯電量が $-40\mu$  C/g未満であると濃度低下の原因となり、帯電量が $-10\mu$  C/gを超えるとかぶりの原因となるため、それぞれ好ましくない。

【0059】なお、本発明においてトナーの帯電量とは、外添剤混合後のトナーとキャリアとを混合した後の

帯電量のことをいい、具体的には常温常湿下、トナーとキャリアとを混合した現像剤30gを容量50mlのガラスビンに入れ、ターブラーミキサーにて2分間振とうし、その後ブローオフトライボ装置(東芝ケミカル社製)を用いて測定することができる。

【0060】以上のようにして得られた本発明のトナーは、そのまま一成分現像剤として、あるいはキャリアと静電潜像現像用トナーとからなる静電潜像現像剤(いわゆる二成分現像剤)において静電潜像現像用トナーとして、使用することができる。

【0061】上記キャリアとしては、特に制限はなく、 公知のキャリアを用いることができる。例えば芯材上に 樹脂被覆層を有する樹脂コートキャリアを挙げることが できる。またマトリックス樹脂に導電材料などが分散さ れた樹脂分散型キャリアであってもよい。

【0062】キャリアに使用される被覆樹脂・マトリックス樹脂としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリアクリロニトリル、ポリビニルアセテート、ポリビニルアルコール、ポリビニルブチラール、ポリビニルカルバゾール、ポリビニル オリビニル は化ビニルー酢酸ビニル 共重合体、スチレンーアクリル酸共重合体、オルガノシロキサン結合からなるストレートシリコーン樹脂又はその変性品、フッ素樹脂、ポリエステル、ポリウレタン、ポリカーボネート、フェノール樹脂、アミノ樹脂、アミド樹脂、エポキシ樹脂等を例示することができるが、これらに限定されるものではない。

【0063】導電材料としては、金、銀、銅といった金属やカーボンブラック、更に酸化チタン、酸化亜鉛、硫 30酸バリウム、ホウ酸アルミニウム、チタン酸カリウム、酸化スズ、カーボンブラック等を例示することができるが、これらに限定されるものではない。

【0064】またキャリアの芯材としては、鉄、ニッケル、コバルト等の磁性金属、フェライト、マグネタイト等の磁性酸化物、ガラスビーズ等が挙げられるが、キャリアを磁気ブラシ法に用いるためには磁性材料であることが好ましい。キャリアの芯材の体積平均粒径としては、一般的には $10\sim500\mu$ mであり、好ましくは $30\sim100\mu$ mである。

【0065】またキャリアの芯材の表面に樹脂被覆するには、前記被覆樹脂、および必要に応じて各種添加剤を適当な溶媒に溶解した被覆層形成用溶液により被覆する方法が挙げられる。溶媒としては、特に限定されるものではなく、使用する被覆樹脂、塗布適性等を勘案して適宜選択すればよい。

【0066】具体的な樹脂被覆方法としては、キャリアの芯材を被覆層形成用溶液中に浸漬する浸漬法、被覆層形成用溶液をキャリアの芯材表面に噴霧するスプレー法、キャリアの芯材を流動エアーにより浮遊させた状態 50

で被覆層形成用溶液を噴霧する流動床法、ニーダーコーター中でキャリアの芯材と被覆層形成溶液とを混合し、溶剤を除去するニーダーコーター法が挙げられる。

【0067】このようにして得られた静電潜像現像剤は、静電潜像担持体に静電潜像を形成する潜像形成工程と、現像剤担持体上の現像剤層により前記静電潜像担持体に形成された静電潜像を現像してトナー画像を形成する現像工程と、前記トナー画像を転写体上に転写する転写工程と、を含む画像形成方法において、前記現像剤層の形成に供せられる。

【0068】静電潜像担持体としては、一般の電子写真感光体、誘電記録体等が使用され、公知の方法により静電潜像が形成される。現像剤担持体としては、例えば、回転可能な非磁性スリーブ内に、マグネチックロールが固定設置されたものが使用され、該現像剤担持体は静電潜像担持体に対向するように配置される。なお、静電潜像担持体上に形成されたトナー像は、次いで転写体上に公知の方法により転写され、熱ロール等の定着手段により定着される。

「【0069】本発明のトナーは転写効率が高いため、転 写工程の後にクリーニング工程を有さないいわゆるクリ ーニングレスシステムに適用することもできる。この場 合、わずかに残留した静電潜像担持体上のトナーは、現 像剤担持体により現像と同時に回収される。

【0070】一方、転写工程の後に静電潜像担持体上に 残留するトナーを除去および回収するクリーニング工程 を有することも好ましい。この場合、クリーニング工程 において除去および回収されたトナーは、現像工程に再 度供給することにより、省資源化に寄与することができ る。

# [0071]

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに具体的に 説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるもの ではない。

【0072】<樹脂粒子分散液の調製>

a) 樹脂粒子分散液(1) の調製

・スチレン370重量部・nブチルアクリレート30重量部・アクリル酸8重量部・ドデカンチオール24重量部・四臭化炭素4重量部【0073】以上の材料を混合し溶解した。これを、非

【0073】以上の材料を混合し溶解した。これを、非イオン性界面活性剤(三洋化成(株)製:ノニポール400)6重量部およびアニオン性界面活性剤(第一工業製薬(株)製:ネオゲンSC)10重量部をイオン交換水550重量部に溶解した液に投入しフラスコ中で乳化し、10分間ゆっくりと混合しながら、これに過硫酸アンモニウム4重量部をイオン交換水500重量部に溶解した液を投入し、窒素置換を行った後、前記フラスコ内を攪拌しながら内容物が70℃になるまでオイルバスで

加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。その結 果、数平均粒径が155nm、Tgが59℃、重量平均 分子量(Mw)が12,000の樹脂粒子を分散させて なる樹脂粒子分散液(1)を得た。

【0074】b)樹脂粒子分散液(2)の調製

・スチレン

370重量部

・nブチルアクリレート

30重量部

・アクリル酸

8重量部

・ドデカンチオール

2 4 重量部

・四臭化炭素 【0075】以上の材料を混合し溶解した。これを、非 イオン性界面活性剤 (三洋化成 (株) 製:ノニポール4 00)6重量部およびアニオン性界面活性剤(第一工業 製薬(株)製:ネオゲンSC)10重量部をイオン交換 水880重量部に溶解した液に投入しフラスコ中で乳化 し、10分間ゆっくりと混合しながら、これに過硫酸ア ンモニウム4重量部をイオン交換水500重量部に溶解 した液を投入し、窒素置換を行った後、前記フラスコ内 を攪拌しながら内容物が70℃になるまでオイルバスで 加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。その結 20

\*子量(Mw)が18,000の樹脂粒子を分散させてな る樹脂粒子分散液(2)を得た。

14

【0076】c)樹脂粒子分散液(3)の調製

・スチレン

360重量部

・nブチルアクリレート

40重量部

・メタクリル酸

6重量部

【0077】以上の材料を混合し溶解した。これを、非 イオン性界面活性剤(三洋化成(株)製:ノニポール4 00)8重量部およびアニオン性界面活性剤(第一工業 4 重量部 10 製薬(株)製:ネオゲンR) 15 重量部をイオン交換水 660重量部に溶解した液に投入しフラスコ中で乳化 し、10分間ゆっくりと混合しながら、これに過硫酸ア ンモニウム3重量部をイオン交換水500重量部に溶解 した液を投入し、窒素置換を行った後、前記フラスコ内 を攪拌しながら内容物が70℃になるまでオイルバスで 加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。その結 果、数平均粒径が165nm、Tgが58℃、重量平均 分子量 (Mw) が33,000の樹脂粒子を分散させて なる樹脂粒子分散液(3)を得た。

[0078]

<着色剤分散液の調製>

果、数平均粒径が75 n m、T g が53℃、重量平均分\*

a) 着色剤分散液(1) の調製

・カーボンブラック(キャボット社製:モーガルL)

50重量部

・アニオン系界面活性剤 (第一工業製薬 (株) 製:ネオゲンR) 5重量部

・イオン交換水

200重量部

【0079】以上の材料を混合し、さらにホモジナイザ ※ (カーボンブラック)を分散させてなる着色剤分散液 ー (IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて

(1) を調製した。

20分間分散し、平均分散粒子径が160nmの着色剤※ [0080]

b) 着色剤分散液 (2) の調製

・フタロシアニン顔料(BASF社製、PB-FAST BLUE)

50重量部

・アニオン系界而活性剤 (第一工業製薬 (株) 製:ネオゲンR)

5重量部

・イオン交換水

200重量部

ー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて

【0081】以上の材料を混合し、さらにホモジナイザ ★料を分散させてなる着色分散剤(2)を調製した。 [0082]

10分間分散し、平均分散粒子径が150mmの青色顔★

<離型剤分散液の調製>

・パラフィンワックス(日本精蝋(株)製: HNPO190)

50重量部

・アニオン性界面活性剤 (第一工業製薬社製:ネオゲンSC)

10重量部

・イオン交換水

240重量部

【0083】以上の材料を混合し、95℃に加熱して、 ☆分散処理し、平均分散粒子径が200nmの離型剤を分 ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT5 散させてなる離型剤分散液を調製した。 0)を用いて分散した後、圧力吐出型ホモジナイザーで☆ 【0084】

[実施例1]

<凝集粒子の調製>

・樹脂粒子分散液(1)

120重量部

・樹脂粒子分散液(2)

80重量部

・着色剤分散液(1)

200重量部

・離型剤分散液 (1)

40重量部

・ポリ水酸化アルミニウム (浅田化学社製)

1. 5重量部

粒子が形成されている事が確認された。

【0085】以上の材料を丸型ステンレス製フラスコ中 でホモジナイザー (IKA社製:ウルトラタラックスT 50)を用いて混合し、分散した後、加熱用オイルバス 中でフラスコ内を攪拌しながら55℃まで加熱した。こ こで泡の発生とともに粘度が上昇するので、消泡剤とし てエタノールを35重量部滴下した。その後、粘度の低 下が確認され、少量のサンプルを採取してマルチサイザ ーII(日科機社製)にて粒径を測定したところ、数平均 粒径が約4.8μmである凝集粒子が形成されている事 10 が確認された。

【0086】<付着粒子の調製>得られた凝集粒子を含 む液に、前記樹脂粒子分散液(1)を緩やかに50重量 部追加し、55℃で60分間保持した。少量のサンプル を採取してマルチサイザーII(日科機社製)にて粒径を\*

[実施例2]

## <凝集粒子の調製>

- ·樹脂粒子分散液(3)
- ・着色剤分散液(2)
- ・離型剤分散液(1)

・ポリ水酸化アルミニウム (浅田化学社製)

6時間保持した。冷却後、pHが11.5になるように 水酸化ナトリウムを加え、40℃で15分間洗浄した後 濾取し、イオン交換水で十分に洗浄し乾燥させて、体積 平均粒径D<sub>50</sub> = 4. 8 μm、体積平均粒度分布指標GS Dv=1. 20、形状係数SFの平均値=130である 黒色のトナー粒子を得た。このトナー粒子にR972

(シリカ;日本アエロジル社製)を0.65wt%ヘン シェルミキサーで添加して黒トナーを得た。

[0088]

<凝集粒子の調製>

・樹脂粒子分散液(1)

120重量部 80重量部

・樹脂粒子分散液 (2) ・着色剤分散液 (1)

200重量部

· F e (OH) 3

200重量部

200重量部

1. 5重量部

40重量部

1. 5重量部

【0089】以上の材料を丸型ステンレス製フラスコ中 でホモジナイザー (IKA社製:ウルトラタラックスT 50)を用いて混合し、分散した後、加熱用オイルバス 中でフラスコ内を攪拌しながら58℃まで加熱した。こ こで泡の発生とともに粘度が上昇するので、消泡剤とし てイソプロピルアルコールを30重量部滴下した。その 後、粘度の低下が確認され、少量のサンプルを採取して マルチサイザーII(日科機社製)にて粒径を測定したと ころ、数平均粒径が約5.5μmである凝集粒子が形成 30 されている事が確認された。

【0090】<付着粒子の調製>得られた凝集粒子を含 む液に、前記樹脂粒子分散液(3)を緩やかに33重量 部追加し、58℃で60分間保持した。少量のサンプル を採取してマルチサイザーII (日科機社製) にて粒径を 測定したところ、数平均粒径が約5.8 µ mである付着 粒子が形成されている事が確認された。

【0091】<トナーの作製>得られた付着粒子を含む 液に、アニオン性界面活性剤 (第一工業製薬 (株) 製: ネオゲンSC) 3重量部を追加し、95℃まで加熱し、 6時間保持した。冷却後、pHが10.5になるように 水酸化ナトリウムを加え、25℃で15分間洗浄した後 適取し、イオン交換水で十分に洗浄し乾燥させて、体積<br/> 平均粒径 $D_{50} = 5$ .  $6 \mu m$ 、体積平均粒度分布指標GS Dv=1. 21、形状係数SFの平均値=128である サイアン色のトナー粒子を得た。さらに、このトナー粒 子にR972 (シリカ; []本アエロジル社製) を0.6 5 w t %ヘンシェルミキサーで添加してサイアントナー を得た。

【0092】[実施例3]

【0093】以上の材料を丸型ステンレス製フラスコ中 でホモジナイザー (IKA社製:ウルトラタラックスT 50)を用いて混合し、分散した後、加熱用オイルバス 中でフラスコ内を攪拌しながら55℃まで加熱した。少 量のサンプルを採取してマルチサイザーII(日科機社 製)にて粒径を測定したところ、数平均粒径が約5.0 μmである凝集粒子が形成されている事が確認された。 【0094】<付着粒子の調製>得られた凝集粒子を含 む液に、前記樹脂粒子分散液(1)を緩やかに50重量 部追加し、55℃で60分間保持した。少量のサンプル を採取してマルチサイザーII(日科機社製)にて粒径を 測定したところ、数平均粒径が約5.1 μ m である付着 粒子が形成されている事が確認された。

【0095】<トナーの作製>得られた付着粒子を含む 液に、アニオン性界而活性剤(第一工業製薬(株)製: ネオゲンSC) 3重量部を追加し、97℃まで加熱し、 6時間保持した。冷却後、pHが11.5になるように 水酸化ナトリウムを加え、40℃で15分間洗浄した後 再び濾取し、イオン交換水で十分に洗浄し乾燥させて、 体積平均粒径D<sub>50</sub> = 5. 2 μ m、体積平均粒度分布指標 GSDv=1. 21、形状係数SFの平均値=120で ある黒色のトナー粒子を得た。さらに、このトナー粒子 にR972 (シリカ;日本アエロジル社製) を0.65

50 w t % ヘンシェルミキサーで添加して黒トナーを得た。

\* 測定したところ、数平均粒径が約5.0 μ m である付着

【0087】<トナーの作製>得られた付着粒子を含む

液に、アニオン性界而活性剤(第一工業製薬(株)製:

ネオゲンSC) 3重量部を追加し、95℃まで加熱し、

16

[0096]

# [比較例1]

#### <凝集粒子の調製>

- ・樹脂粒子分散液 (3)
- ・着色剤分散液(1)
- ・離型剤分散液 (1)

・カチオン性界面活性剤(花王(株)製、サニゾールB50)

表 1

200重量部

200重量部

40重量部

1. 5重量部

【0097】以上の材料を丸型ステンレス製フラスコ中でホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて混合し、分散した後、加熱用オイルバス10中でフラスコ内を攪拌しながら55℃まで加熱した。少量のサンプルを採取してマルチサイザーII(日科機社製)にて粒径を測定したところ、数平均粒径が約5.0μmである凝集粒子が形成されている事が確認された。

【0098】<付着粒子の調製>得られた凝集粒子を含む液に、前記樹脂粒子分散液(3)を緩やかに22重量部追加し、55℃で60分保持した。少量のサンプルを採取してマルチサイザーII(日科機社製)にて粒径を測定したところ、数平均粒径が約 $5.0\mu$ mである付着粒子が形成されている事が確認された。

【0099】<トナーの作製>得られた付着粒子を含む液に、アニオン性界面活性剤(第一工業製薬(株)製:ネオゲンSC)3重量部を追加し、97℃まで加熱し、6時間保持した。冷却後、pHが12.0になるように水酸化ナトリウムを加え、45℃で15分間洗浄した後濾取し、イオン交換水で十分に洗浄し乾燥させて、体積平均粒径 $D_{50}=5.3\mu$ m、体積平均粒度分布指標GSDv=1.23、形状係数SFの平均値=130.0である黒色のトナー粒子を得た。さらに、このトナー粒子にR972(シリカ;日本アエロジル社製)を0.65 30wt%へンシェルミキサーで添加して黒トナーを得た。【0100】[トナーの特性評価]得られた実施例および比較例の各トナーについて、下記の評価を行った。結果を下記表1にまとめて示す。

【0101】1.トナーの断面における空孔の面積率 既述の<トナーの断面における空孔の面積率の簡易測定 法>により、トナーの断面における空孔の面積率を測定 した。

# 【0102】2. 帯電性

常温常湿下、外添剤混合後のトナーとキャリアとからな 40 る現像剤(トナー含有量 5%)30gを容量 50mlのガラスビンに入れ、ターブラーミキサーにて2分間振とうし、その後ブローオフトライボ測定装置(東芝ケミカル製)を用いて帯電量を測定した。

# 【0103】3. 誘電特性

既述の方法により誘電損率を測定した。以上の評価結果 は、下記表1に示す通りである。

[0104]

【表1】

	空孔面積率 (%)	帯電量 (μC/g)	誘電損率
実施例1	2. 5	-20.4	31.2
実施例2	3. 2	-18.5	25.3
実施例3	4. 1	-17.3	42.0
比較例1	10.5	- 8.5	112.0

【0105】断面における空孔の面積率を5%以下とすることにより、帯電特性および誘電特性の良好なトナーを得ることができる。

【0106】 [画像評価] 実施例および比較例の各トナーについて、その誘電特性および帯電性による画像への影響について、(画像形成装置名) を用いて実際に画像を形成し、以下に示すかぶりおよび経時安定性の評価をした。

# 【0107】1. かぶり

富士ゼロックス社製Vivace500改造機を用いて画像形成を行い、背景部のかぶりを目視、および1mm<sup>2</sup>中の粒子個数で判断し、以下の指標により4段階にグレード分けを行った。

グレード1:かぶり無し(30粒/mm²未満)。

グレード2:かぶりがわずかにあるが実用上問題無し(30粒/mm²以上100粒/mm²未満)。

グレード3:かぶりが目視で確認できるが軽微(100 粒/mm<sup>2</sup>以上200粒/mm<sup>2</sup>未満)。

グレード4:かぶりが日視で著しく確認できる(200 $粒/mm^2$ 以上)。

# 【0108】2. 経時安定性

経時安定性は、初期の帯電量Xと30時間振とう後の帯電量Yを測定し、その比(Y/X)で判断した。なお、当該値は実用上0.8以上であることが好ましい。以上の評価結果は、下記表2に示す通りである。

[0109]

#### 【表 2】 表 2

	かぶり	経時安定性	
実施例1	1	0.95	
実施例 2	1	0.90	
実施例3	2	0.88	
比較例1	4	0.52	

【0110】断而における空孔の而積率を5%以下とし、帯電特性および誘電特性の良好なトナーは、画像形成性においても良好であった。

50 [0111]

【発明の効果】本発明によれば、誘電損率の悪化や帯電の悪化を招くことが無く、経時安定性に優れ、画像のかぶりや転写不良の無い良好な画像を得ることが可能な静\*

\* 電潜像現像用トナーおよびその製造方法、ならびに該静 電潜像現像用トナーを用いた静電潜像現像剤および画像 形成方法を提供することができる。

# フロントページの続き

(72) 発明者 吉沢 久江

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ

ックス株式会社内

(72)発明者 諏訪部 正明

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(72) 発明者 佐藤 修二

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ

ックス株式会社内

(72) 発明者 前畑 英雄

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ

ックス株式会社内

Fターム(参考) 2H005 AB03 BA00 EA05 EA10 FA02